

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

Process for preparing a stable waxy starch product and the product obtained.

No. Publication
(Sec.) : EP0574721

Date de publication : 1993-12-22

Inventeur : GUMY DIDIER (CH); WURSCH PIERRE (CH)

Déposant :: NESTLE SA (CH)

Numéro original : EP0574721, B1

No.
d'enregistrement : EP19930108157 19930519

No. de priorité : CH19920001896 19920616

Classification IPC : A23L1/09 ; A23L1/0522

Classification EC : A23L1/09D, A23L1/105B

Brevets
correspondants : AU4001393, BR9302358, CA2097218, CH684149, DE69309160D,
DE69309160T, ES2100389T, JP2581500B2, JP6049101, MX9303515

Abrégé

The present invention relates to a process for preparing a stable waxy starchy product which can be used in food products, as well as to the product which can be obtained by this process.

Données fournies par la base d'esp@cenet - I2



(19)

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets

(11)



EP 0 574 721 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
26.03.1997 Bulletin 1997/13

(51) Int. Cl.⁶: **A23L 1/09, A23L 1/0522**

(21) Numéro de dépôt: **93108157.4**(22) Date de dépôt: **19.05.1993****(54) Procédé de préparation d'un produit amylocé cireux stable et produit obtenu**

Verfahren zur Herstellung eines Wachsstärkeproduktes und gewonnenes Produkt

Process for preparing a stable waxy starch product and the product obtained

(84) Etats contractants désignés:
AT BE DE DK ES FR GB GR IE IT LU NL PT SE

(56) Documents cités:
EP-A- 0 231 729 EP-A- 0 258 486
EP-A- 0 332 027

(30) Priorité: **16.06.1992 CH 1896/92**

- JOURNAL OF FOOD SCIENCE vol. 38, no. 3, 1973, CHICAGO US pages 484 - 485 L. DAHLE ET AL. "Some effects of beta amylolytic degradation of pastes of waxy maize starch"
- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 13, no. 417 (C-636)14 Septembre 1989
- DATABASE WPI Section Ch, Week 7635, Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D13, AN 76-65568X (35)
- DATABASE WPI Section Ch, Week 7638, Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D13, AN 76-71185X (38)

(43) Date de publication de la demande:
22.12.1993 Bulletin 1993/51

(73) Titulaire: **SOCIETE DES PRODUITS NESTLE S.A.**
1800 Vevey (CH)

(72) Inventeurs:
 • Gamy, Didier
CH-1630 Bulle (CH)
 • Wursch, Pierre
CH-1814 La Tour-de-Peilz (CH)

(74) Mandataire: **Wavre, Claude-Alain et al**
55, avenue Nestlé
1800 Vevey (CH)

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Le produit amylocé gélatinisé est alors hydrolysé enzymatiquement avec une β -amylase pure, d'origine végétale ou bactérienne. Pour ce faire, on peut ajouter la β -amylase sous forme de solution aqueuse, à raison de 500-6000 U par kg d'amidon de départ.

L'unité U est définie de la manière suivante : 1 U correspond à un mg de maltose libéré en 3 minutes, à 20°C et à pH 4,8.

On effectue de préférence l'hydrolyse à une température de 65-75°C, à un pH de 5,6 et pendant environ 5 à 60 minutes, de manière à obtenir un degré d'hydrolyse d'au moins 5%, déterminé par dosage chimique des sucres réducteurs (maltose formé).

Il est aussi possible d'effectuer ladite réaction en continu, par exemple en chauffant la suspension aqueuse à une

température de 50-60°C à pH 5,6, puis en lui ajoutant l'enzyme et en continuant le traitement thermique jusqu'à une température de 65-75°C, et en maintenant cette température pendant environ 5-60 minutes, de manière à obtenir un degré d'hydrolyse d'au moins 5%.

On a en effet constaté que, de manière étonnante, un degré d'hydrolyse de 5% était déjà suffisant pour permettre l'obtention d'un produit final stable.

On choisit d'obtenir un degré d'hydrolyse de l'ordre de 7-20%, sachant qu'il est possible d'aller au moins jusqu'à 55%, mais avec, en conséquence, une perte plus importante de produit final, donc une diminution du rendement.

Il est nécessaire d'effectuer l'hydrolyse avec une β -amylase pure. En effet, la présence d' α -amylase lors de l'hydrolyse entraînerait une diminution indésirable de la viscosité de l'empois d'amidon obtenu.

De plus, on a constaté que l'hydrolyse avec une β -amylase permettait de réduire la taille des molécules d'amylopectine tout en laissant intact leur structure branchée, ce qui permettait une augmentation de la viscosité des gels obtenus ensuite, pour une concentration pondérale constante d'amylopectine.

Une fois le degré d'hydrolyse souhaité atteint, on peut inactiver l'enzyme, par exemple par traitement thermique à une température de 80-85°C, durant environ 8-12 minutes, par exemple par injection de vapeur dans le double manteau du réacteur.

Lors de cette étape, on peut observer le gonflement final de la granule d'amidon, ainsi que le développement total de la viscosité du produit final.

Le produit ainsi obtenu peut alors être séché, par exemple par passage sur des rouleaux rotatifs tournant à 1-3 tours/min et à une température de 130-160°C, de manière à obtenir un produit amylocé précuit présentant un taux de matière sèche d'environ 95-98% en poids.

L'étape de séchage peut également être effectuée par atomisation.

Il est également possible d'utiliser directement le produit hydrolysé tel quel, c'est-à-dire se présentant sous forme humide, sans avoir besoin de lui faire subir une étape de séchage.

On obtient ainsi un produit amylocé cireux natif, ayant été hydrolysé à au moins 5% avec une β -amylase pure, et stable, pouvant supporter plusieurs cycles de gel-dégel en conservant sa stabilité et sans modification de sa viscosité.

Ce produit amylocé est reconstituable à froid et peut être utilisé dans des sauces stérilisées ou surgelées, ou dans des desserts stérilisés de type laitage, par exemple.

La présente invention est illustrée plus en détail dans les exemples suivants, dans lesquels les parties et pourcentage sont donnés en poids.

Exemple 1

On prépare une suspension aqueuse comprenant 40 kg d'amidon de maïs cireux et 335 litres d'eau, que l'on chauffe à 70°C pendant environ 10 minutes de manière à gélatiniser l'amidon. On ajuste le pH à 5,6 à l'aide d'acide acétique concentré. La température est ramenée à 55°C. On ajoute ensuite 10 g de β -amylase pure de soja (activité

4040 U/g), diluée dans 20 litres d'eau, et on laisse l'hydrolyse s'effectuer pendant environ 60 minutes, de manière à obtenir un degré d'hydrolyse de 13% environ.

Lorsque le degré d'hydrolyse est atteint, on inactive l'enzyme par traitement thermique à 80°C, puis on séche le produit obtenu sur des rouleaux rotatifs tournant à 8 tours/min, à 180°C.

On obtient ainsi un produit final présentant un taux de matière sèche de 97,5% et se présentant sous forme de paillettes.

On peut préparer un empois d'amidon à partir du produit ainsi obtenu, par mélange de 50 g dudit produit en poudre dans 950 ml d'eau à 25°C.

On obtient un gel présentant une texture gluante, comparable à celle d'un gel de maïs cireux frais.

La mesure de la viscosité du gel ainsi obtenu, à 25°C, donne les résultats suivants (mesures effectuées à l'aide d'un appareil Carrimed) :

- sans cisaillement : 167 mPas
- après chauffage(70°C), sans cisaillement : 130 mPas
- après homogénéisation(Polytron) : 95 mPas

Degré d'hydrolyse	Nombre de cycles			
	0	1	3	5
0%	0	0	2,4	3,1
1,8%	0	0	0,3	1,0
7,9%	0	0	0,3	0,6
15,8%	0	0	0,4	0,8
36,1%	0	0	0,6	0,7

5

10

15

On voit donc que l'étape d'hydrolyse permet de stabiliser le produit puisque l'enthalpie de rétrogradation devient très faible, même après plusieurs cycles de gel/dégel.

20

On prépare une suspension aqueuse comprenant 290 g de farine de riz cireux et 1650 ml d'eau, que l'on chauffe à 70°C pendant environ 10 minutes, de manière à gélater l'amidon. On ajuste le pH à 5,6 par addition d'acide acétique concentré. La température est ramenée à 55°C.

On ajoute ensuite 0,05 g de β -amylase pure de soja (activité 4040 U/g enzyme) et on laisse l'hydrolyse s'effectuer pendant environ 60 minutes, de manière à obtenir un degré d'hydrolyse de 10%.

Lorsque le degré d'hydrolyse est atteint, on inactive l'enzyme par chauffage à 80°C, et on sèche l'empois obtenu. On obtient ainsi un produit final présentant un taux de matière sèche de 92% et se présentant sous forme de poudre.

On peut préparer un empois d'amidon par mélange de 20 g de produit ainsi obtenu avec 980 ml d'eau. On soumet alors l'empois ainsi préparé à 1, 3 ou 5 cycles de gel-dégel et l'on détermine le volume d'eau exsudée après centrifugation de l'empois dégelé.

On obtient les résultats suivants, en % d'eau exsudée :

35

40

Il est donc également possible de préparer un produit selon l'invention à partir d'un riz cireux.

Exemple 5

45

Le présent exemple illustre l'application en continu du procédé selon l'invention.

On prépare une suspension aqueuse comprenant 50 kg d'amidon de maïs cireux, 230 litres d'eau et 24,5 g de β -amylase de soja pure.

Le mélange est chauffé à 70°C, par injection de vapeur.

On laisse l'hydrolyse s'effectuer à 70°C pendant environ 60 minutes, de manière à obtenir un degré d'hydrolyse de 7%. Lorsque ce degré est atteint, on inactive l'enzyme par chauffage à 80°C.

On obtient ainsi un produit présentant un taux de matière sèche de 18% que l'on peut utiliser immédiatement.

Il est également possible de sécher le produit obtenu sur des rouleaux rotatifs tournant à 8 tours/minute, à 180°C, de manière à obtenir un produit final présentant un taux de matière sèche de 95%, et se présentant sous forme de paillettes.

55

Exemple 6

Le présent exemple illustre l'utilisation dans une recette plus complète du produit selon l'invention.

5. Stable native waxy amylaceous product capable of being obtained by a process according to one or more of the claims 1-4.

Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur Herstellung eines stabilen nativen Wachsstärkeproduktes, in welchem man eine wäßrige Suspension mit einem Gehalt an 5-30 Gew.-% an einem nativen Wachsstärkeprodukt, das wenigstens 95 Gew.-% Amylopektin, bezogen auf das Gesamtgewicht der Stärke, enthält, bereitet, dieses Stärkeprodukt durch thermisches Behandeln der wäßrigen Suspension bei 65-75°C gelatiniert und hierauf das gelatinierte Produkt mit einer reinen β -Amylase so hydrolysiert, daß ein Hydrolysegrad zwischen 5 % und 20 % erhalten wird.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, worin man das gelatinierte Produkt mit einer reinen β -Amylase pflanzlichen oder bakteriellen Ursprungs hydrolysiert.
- 15 3. Verfahren nach Anspruch 1, worin man nach der Hydrolyse das Enzym durch thermische Behandlung bei 80 bis 85°C inaktiviert.
- 20 4. Verfahren nach Anspruch 1, worin man das hydrolysierte Produkt trocknet, bis es einen Trockenmaterialgehalt von 95-98 Gew.-% aufweist.
- 25 5. Stabiles natives Wachsstärkeprodukt, erhältlich nach dem Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1-4.

25

30

35

40

45

50

55